

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-343618

(43)Date of publication of application : 29.11.2002

(51)Int.Cl.

H01F 1/147
 B22F 1/02
 B22F 3/00
 B22F 3/26
 C22C 33/02
 C22C 38/00
 C22C 38/16

(21)Application number : 2001-255580

(71)Applicant : YASKAWA ELECTRIC CORP

(22)Date of filing : 27.08.2001

(72)Inventor : YASUMURA TAKAAKI

OTO MOTOMICHI

OGURO RYUICHI

IKEDA MITSUAKI

(30)Priority

Priority number : 2001067920

Priority date : 12.03.2001

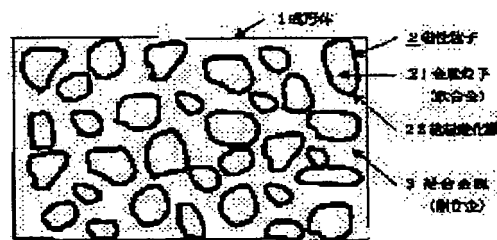
Priority country : JP

(54) SOFT MAGNETIC MATERIAL AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a high-resistance soft magnetic material having superior manufacture reproducibility.

SOLUTION: This soft magnetic material contains magnetic particles 2, which are formed of metal particles 21, that are made of iron alloy containing at least one of silicon and aluminum and of which the average particle size is 10-400 μm , and an insulation oxide film 22 of 0.2-10 μm in thickness, that is made mainly of either of silicon and aluminum that tends to be oxidized as compared with iron covering the periphery of the metal particles, and a binder metal to joint the magnetic particles with each other, and it is made a molded body having a volume of metal particles at 80% of the whole body, and the binder metal is a copper alloy containing at least one among copper oxide, phosphorus, aluminum, zinc, and silicon that are easier to be oxidized than iron, and set at 1-5 wt.%. In addition, if thickness is defined as t and the width as w, the metal particle is of plate shape, having an aspect ratio (w/t) of 10 to 100 and width (w) of 10-4,000 μm .



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-343618

(P2002-343618A)

(43) 公開日 平成14年11月29日 (2002.11.29)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード [*] (参考)		
H 0 1 F	1/147	B 2 2 F	1/02	G	4 K 0 1 8
B 2 2 F	1/02		3/00	E	5 E 0 4 1
	3/00		3/26	B	
	3/26	C 2 2 C	33/02	N	
C 2 2 C	33/02		38/00	3 0 3 S	
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 8 頁) 最終頁に続く					

(21) 出願番号 特願2001-255580 (P2001-255580)

(22) 出願日 平成13年8月27日 (2001.8.27)

(31) 優先権主張番号 特願2001-67920 (P2001-67920)

(32) 優先日 平成13年3月12日 (2001.3.12)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000006622

株式会社安川電機

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

(72) 発明者 安村 隆明

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

株式会社安川電機内

(72) 発明者 大戸 基道

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

株式会社安川電機内

(72) 発明者 小黑 龍一

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石2番1号

株式会社安川電機内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟質磁性材料およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 製造再現性に優れた高抵抗軟質磁性材料を得る。

【解決手段】 本発明の軟質磁性材料は、珪素、アルミニウムの少なくとも1つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が10~400 μm の金属粒子21とこの金属粒子の周囲を覆う鉄より酸化しやすい珪素、アルミニウムのいずれかを主成分とした厚さ0.2~10 μm の絶縁酸化膜22とからなる磁性粒子2と、磁性粒子同志を結合させる結合金属3とを有し、かつ金属粒子の体積が全体の80%以上である成形体からなり、結合金属を、鉄より酸化しやすい酸化銅、りん、アルミニウム、亜鉛、珪素の少なくとも一つを1~5wt%含有した銅合金としたものである。また、金属粒子は、厚さを t 、幅を w とした場合、アスペクト比 (w/t) が10~100、幅 (w) が10~4000 μm の板状としている。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】珪素、アルミニウムの少なくとも 1 つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が $10 \sim 400 \mu\text{m}$ の金属粒子とこの金属粒子の周囲を覆う鉄より酸化しやすい珪素、アルミニウムのいずれかを主成分とした厚さ $0.2 \sim 10 \mu\text{m}$ の絶縁酸化膜とからなる磁性粒子と、前記磁性粒子同志を結合させる結合金属とを有し、かつ前記金属粒子の体積が全体の 80% 以上である成形体からなる軟質磁性材料において、

前記結合金属は、鉄より酸化しやすい酸化銅、りん、アルミニウム、亜鉛、珪素の少なくとも一つを 1 ～ 5wt% 含有した銅合金であることを特徴とする軟質磁性材料。

【請求項 2】前記金属粒子は、厚さを t 、幅を w とした場合、アスペクト比 (w/t) が $10 \sim 100$ 、幅 (w) が $10 \sim 4000 \mu\text{m}$ の板状であることを特徴とする請求項 1 記載の軟質磁性材料。

【請求項 3】珪素、アルミニウムの少なくとも 1 つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が $10 \sim 400 \mu\text{m}$ の金属粒子を 300°C 以上に加熱して前記金属粒子の表面を酸化させ、鉄を主成分とする鉄酸化膜を形成して磁性粒子とし、その後、前記磁性粒子を成形して成形体とし、前記成形体を加熱した状態で前記磁性粒子同志を結合させる結合金属である溶融した銅合金を前記成形体の空隙部に含浸し、引き続き加熱処理し、前記金属粒子中の珪素、アルミニウムにより前記鉄酸化膜の酸素を還元し、珪素またはアルミニウムを主成分とする絶縁酸化膜に変えることを特徴とする軟質磁性材料の製造方法。

【請求項 4】珪素、アルミニウムの少なくとも 1 つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が $10 \sim 400 \mu\text{m}$ の金属粒子を成形して成形体とし、前記成形体を 300°C 以上に加熱して前記金属粒子の表面を酸化させ、鉄を主成分とする鉄酸化膜を形成して磁性粒子とし、その後、前記成形体を加熱した状態で前記磁性粒子同志を結合させる結合金属である溶融した銅合金を前記成形体の空隙部に含浸し、引き続き加熱処理し、前記金属粒子中の珪素、アルミニウム少なくとも一つにより前記鉄酸化膜の酸素を還元し、珪素またはアルミニウムを主成分とする絶縁酸化膜に変えることを特徴とする軟質磁性材料の製造方法。

【請求項 5】珪素、アルミニウムの少なくとも 1 つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が $10 \sim 400 \mu\text{m}$ の金属粒子とこの金属粒子の周囲を覆う鉄を主成分とする鉄酸化膜とからなる磁性粒子と、前記磁性粒子同志を結合させる結合金属である銅合金の粒子とを配合してプレスで成形して成形体とし、前記成形体を加熱処理し、前記金属粒子中の珪素、アルミニウム少なくとも一つにより前記鉄酸化膜の酸素を還元し、珪素またはアルミニウムを主成分とする絶縁酸化膜に変えることを特徴とする軟質磁性材料の製造方法。

【請求項 6】前記銅合金は、鉄より酸化しやすい酸化

銅、りん、アルミニウム、亜鉛、珪素、マグネシウムのうち少なくとも一つを 1 ～ 5wt% 含有したことを特徴とする請求項 3 から 5 のいずれか 1 項に記載の軟質磁性材料の製造方法。

【請求項 7】前記鉄合金からなる金属粒子は、厚さを t 、幅を w とした場合、アスペクト比 (w/t) を $10 \sim 100$ 、幅 (w) を $10 \sim 4000 \mu\text{m}$ の板状としたことを特徴とする請求項 3 から 6 のいずれか 1 項に記載の軟質磁性材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、モータ、リアクトル、トランス、磁気ヘッド用ヨークなどの電気機器に適用する材料に関し、とくに、低渦電流損失、高飽和磁束密度および高周波において高透磁率を有する軟質磁性材料とその製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】モータをはじめとする電気機器は近年高周波領域で使用される事が多くなった。このような機器に使用される磁性材料は優れた磁気特性を有する軟質磁性材料が選定され使用される。ところが、交流使用では鉄損（ヒステリシス損失と渦電流損失の和）が大きくてエネルギーロスとなる。渦電流損失は周波数の 2 乗に比例して増加するために、交流損失を少なくする目的で、例えば珪素鋼板を積層して使用する。それでも商用周波数領域で鉄損の 20% を渦電流損失が占める。また、1 kHz 以上に成るとヒステリシス損失より渦電流損失が大きくなると共にヒステリシス損失も大きくなる。従って、高周波領域で使用される磁性材料は透磁率の低下で本来の材料自身が持っている飽和磁束密度よりはるかに低い磁束密度でしか使用する事ができなくなる。また、地球環境問題からもエネルギーの節約が叫ばれており、モータでは効率の向上が不可欠となっている。このような問題に対して、軟質磁性材料にアモルファスを適用する事が検討されたが、渦電流損失の低減効果は有るものの製品成形時の少しの応力で磁気特性が低下するために用途がきわめて限定される。また、特公平 6-82577 で見られるように酸化皮膜で覆われた鉄を圧縮成形して作製した圧粉磁心、また、特開平 9-102409 に開示されている樹脂を鉄粉表面に被覆した樹脂成形体などが検討された。圧粉磁心は、粉体同志の結合剤が弱いために、製品成形体を取り扱い時に欠けたり割れたりするために用途が限定される事や、電気抵抗が低くならない範囲で磁気特性を向上させる高温熱処理を長時間できないために磁気特性も不十分であった。樹脂成形体は、樹脂を結合材として使用している関係で、成形時に応力で劣化した鉄の磁気特性を改善させるための熱処理を 700°C 以上でできないために、電気抵抗だけは大きい、磁気特性は非常に低かった。 700°C 以上で熱処理すれば樹脂皮膜が消失し電気抵抗値が低下する。以上の問題点を解決するため、材

料と製造方法についての提案がされた(特開平11-238614)。図5は、この方法により形成された軟質磁性材料の断面の模式図である。図において、1は成形体、2は磁性粒子、3は結合金属である。成形体1は、磁性粒子2とこれらを結合する結合金属3からなる。磁性粒子2は、平均粒径10~400 μ mの鉄合金からなる金属粒子21と、その周囲を覆う鉄より酸化しやすい金属の酸化膜、すなわち、絶縁酸化膜22(アルミナ等)からなる。結合金属3は、絶縁酸化膜22を構成する元素と同じ金属又はその合金であり、ここではアルミニウムである。成形体1の製造工程の一例を図6に示す。すなわち、つぎのとおりである。

- (1) 金属粒子21(鉄合金粒子)の表面を酸化させる。
- (2) 表面が酸化した金属粒子21を型に入れ成形する。
- (3) 結合金属3であるアルミニウムを含浸する。成形体を加熱した状態で鉄より酸化しやすい溶融アルミニウムを成形体の空隙部に含浸する。
- (4) 成形体を加熱処理する。金属粒子21の表面に生成している鉄酸化物が、溶融アルミニウムとの接触反応によりアルミナに変わる。これにより、軟質磁性材料の成形体が完成する。この絶縁酸化膜22(アルミナ)は、

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところが、上述の特開平11-238614では、鉄酸化物と溶融アルミニウムまたは溶融マグネシウムとの接触反応は極めて速く起こるために、その制御が難しい。鉄酸化物と溶融アルミニウムとの反応はテルミット反応としても知られ、爆発的に反応することでも知られている。反応の制御が難しいために、溶融金属の充填状態によって製造時の再現性に難があり、特性の優れた材料が安定して得られないという問題があった。また、鉄合金粒子は、粒子形状による反磁界が大きくて初透磁率が小さいため、このような材料を機器に使用した場合、小型化を達成するには不十分であった。そこで、本発明は製造再現性に優れ、初透磁率の高い高抵抗軟質磁性材料とその製造方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、請求項1記載の軟質磁性材料は、珪素、アルミニウムの少なくとも1つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が10~400 μ mの金属粒子とこの金属粒子の周囲を覆う鉄より酸化しやすい珪素、アルミニウムのいずれかを主成分とした厚さ0.2~10 μ mの絶縁酸化膜とからなる磁性粒子と、前記磁性粒子同志を結合させる結合金属と

を有し、かつ前記金属粒子の体積が全体の80%以上である成形体からなるもので、前記結合金属を、鉄より酸化しやすい酸化銅、りん、アルミニウム、亜鉛、珪素の少なくとも一つを1~5wt%含有した銅合金としたものである。請求項2記載の軟質磁性材料は、前記金属粒子を、厚さt、幅wとした場合、アスペクト比(w/t)10~100、幅(w)10~4000 μ mの板状としたものである。請求項1、2記載の軟質磁性材料によれば、高温アニールによっても電気絶縁皮膜が破壊しないので渦電流を生じにくく、しかも、鉄合金粒子の歪が小さいので高透磁率材料が得られる。請求項3記載の軟質磁性材料の製造方法は、珪素、アルミニウムの少なくとも1つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が10~400 μ mの金属粒子とこの金属粒子の周囲を覆う鉄を主成分とする鉄酸化膜とからなる磁性粒子を成形して成形体とし、前記成形体を加熱した状態で前記磁性粒子同志を結合させる結合金属である溶融した銅合金を前記成形体の空隙部に含浸し、引き続き加熱処理し、前記金属粒子中の珪素、アルミニウムにより前記鉄酸化膜の酸素を還元し、珪素またはアルミニウムを主成分とする絶縁酸化膜に変えるようにしたものである。請求項4記載の軟質磁性材料の製造方法は、珪素、アルミニウムの少なくとも1つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が10~400 μ mの金属粒子を成形して成形体とし、前記成形体を300 $^{\circ}$ C以上に加熱して前記金属粒子の表面を酸化させ、鉄を主成分とする鉄酸化膜を形成し、その後、前記成形体を加熱した状態で前記磁性粒子同志を結合させる結合金属である溶融した銅合金を前記成形体の空隙部に含浸し、引き続き加熱処理し、前記金属粒子中の珪素、アルミニウムの少なくとも1つにより前記鉄酸化膜の酸素を還元し、珪素またはアルミニウムを主成分とする絶縁酸化膜に変えるようにしたものである。請求項5記載の軟質磁性材料の製造方法は、珪素、アルミニウムの少なくとも1つの元素を含む鉄合金からなり平均粒径が10~400 μ mの金属粒子とこの金属粒子の周囲を覆う鉄を主成分とする鉄酸化膜とからなる磁性粒子と、前記磁性粒子同志を結合させる結合金属である銅合金の粒子とを配合して成形体を形成し、前記成形体を加熱処理し、前記金属粒子中の珪素、アルミニウム少なくとも1つにより前記鉄酸化膜の酸素を還元し、珪素またはアルミニウムを主成分とする絶縁酸化膜に変えるようにしたものである。請求項6記載の軟質磁性材料の製造方法は、前記銅合金を、鉄より酸化しやすい酸化銅、りん、アルミニウム、亜鉛、珪素、マグネシウムのうち少なくとも一つを1~5wt%含有するようにしたものである。請求項7記載の軟質磁性材料の製造方法は、前記鉄合金からなる金属粒子を、厚さをt、幅をwとした場合、アスペクト比(w/t)を10~100、幅(w)を10~4000 μ mの板状としたものである。請求項3~7記載の軟質磁性材料の製造方法によれば、絶縁酸化膜を徐々に形成できるので製

造安定性に優れ再現性が高い軟質磁性材料が得られる。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明は、製造時の反応速度をいかに安定に制御性するかについて材料とその製造法を検討した。その結果、反応速度の制御は、アルミニウムなど反応の速い結合金属を用いるのではなく、鉄合金の金属粒子の中に鉄より酸化しやすい金属元素、アルミニウムあるいは珪素などを予め添加してしておき、加熱処理により徐々に鉄粒子の表面に拡散させて鉄酸化物と反応させアルミニウムや珪素などの絶縁酸化膜に変える方法を見出した。また、結合金属として、鉄酸化物と反応し密着性のよい元素を添加した銅合金を用いている。本発明の具体的特徴は、つぎのとおりである。

(1) 結合金属

表面が酸化された鉄—アルミニウム合金粒子の成型体に融けた銅合金を圧入し加熱保持すると、鉄の酸化物の酸素が還元されてアルミニウム主体の酸化物に変わる。すなわち、主にアルミナで覆われた鉄合金の磁性粒子と磁性粒子間に結合金属としての銅合金が存在する磁性材料が作製される。結合金属としての銅合金とアルミナの境界も部分的に反応しているので結合力を強くしている。銅に添加する合金成分は鉄の酸化物と濡れ性の良い元素が望ましい。対象として酸化銅、りん、アルミニウム、亜鉛、シリコン、マグネシウムがあげられる。しかし、含有量が1%に満たないと反応し難いし、また、5%を超えると反応が速すぎて製造安定性が無くなる。

(2) 絶縁酸化膜の膜厚

絶縁酸化膜の厚さは、固有抵抗値と飽和磁束密度から限定される。絶縁酸化膜が薄すぎると絶縁性が保たれない。酸化膜の固有抵抗値として $100 \mu \Omega \text{ cm}$ 以上が望ましい。固有抵抗値が $100 \mu \Omega \text{ cm}$ ということは、珪素鋼板 ($20 \mu \Omega \text{ cm}$) の5 倍の値であり、これにより損失を5 分の1 にすることができる。絶縁酸化膜が厚すぎると、材料全体として非磁性相の存在が多くなり飽和磁束密度の低下につながる。磁性粒子の粒径が $10 \mu \text{ m}$ の時で膜厚が $0.2 \mu \text{ m}$ 以下、粒径が $400 \mu \text{ m}$ の時で膜厚が $10 \mu \text{ m}$ 以下の場合には、飽和磁束密度が15, 000G以下と悪くなる。

(3) 磁性粒子の平均粒径、材質、製法

磁性粒子の平均粒径は、 $10 \mu \text{ m}$ 未満では透磁率が低下する。また、 $400 \mu \text{ m}$ より大きいと粒子内で発生する渦電流で損失が大きくなる。鉄の酸化物では電気絶縁性が不十分であるため、鉄より酸化しやすい金属でしかも電気絶縁性に優れた絶縁酸化膜としては、鉄より酸化物生成エネルギーの大きな金属元素がよく、この対象として、アルミニウム、珪素などがある。従って、金属粒子としての鉄合金の酸化物形成用の合金成分がアルミニウム、珪素となる。一方、鉄合金粒子の体積を80%以上としたのは、磁性材料の部分が少なくなると飽和磁束密度が15, 000G未満に成るためである。現在使用されている

磁性鋼、Fe-Si、Fe-Al、センダスト、Fe-25Co、Fe-50Co 等の合金は、15, 000Gである。Fe-25Co、Fe-50Co を鉄合金の金属粒子とした場合は、これらの合金に絶縁酸化膜形成用の合金成分を更に添加した。金属粒子の製造法は、種々の方法を適用できるが、プラズマ法の中で水プラズマ法がコスト的に有利である。理由は粒子製造と同時に表面が酸化されているので、酸化処理の工程が省略できるからである。

(4) 結合金属の含浸と加熱処理

結合金属を含浸する際は、溶けた金属を圧入した方が金属が粒子間に入りやすいし、減圧した方がより好ましい。また、粉末同士を圧縮して成型体を作製する場合、強度を高めるうえで焼結が望ましい。加熱処理の目的は、二つある。一つは、鉄酸化膜の還元と同時に新しい絶縁酸化膜を形成することである。例えば、 300°C 以上で鉄—アルミニウム合金中のアルミニウムと鉄酸化物とを接触させると鉄酸化物が還元されアルミニウム酸化物ができる。他の一つは、結合金属である銅合金中の合金成分と鉄酸化物との反応である。いずれの反応も 300°C 未満の低い温度でも良いが時間がかかるのでコスト的に不利になる。真空雰囲気で実施した方が絶縁酸化膜は生じ易い。鉄酸化物は、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 FeO 、およびこれらの複合物質であり、これらの鉄酸化物を還元するために、還元条件によっては鉄酸化物が残る事もあるが、特性的に影響無い程度なら問題ない。

(5) アスペクト比

初透磁率向上を検討した結果、磁性粒子（鉄合金）の形状を選定すること、すなわち粒子の厚さに対する幅の比を大きくとることにより、反磁界を小さくでき初透磁率を向上させることがわかった。本発明の鉄合金粒子は、アトマイズ法、カーボニル法、電解法、急冷法、打ち抜き法などにより製造される。このうち、遠心アトマイズ法による鉄合金粒子の製造方法を、図4に示す。添加元素による鉄合金溶湯の粘性、雰囲気ガス、供給する鉄または鉄合金の量を調整することにより溶湯の粒子形状の変化させることができる。溶湯の粒子形状により板状の金属粒子（鉄合金）が作製される。また、粒状の粒子を圧延でつぶすことでも目的の形状を得ることができる。最も簡単な方法は、急冷法などで得られた板を打ち抜くことにより目的の形状を得る。作製される板状の鉄合金粒子の長さ、厚さは発生する初透磁率、渦電流損失、飽和磁化により限定される。板状の粒子のアスペクト比 (w/t) が10より小さいと、初透磁率が小さくなる。一方、幅が $4000 \mu \text{ m}$ より大きいと粒子内で発生する渦電流で損失が大きくなる。幅 $10 \mu \text{ m}$ 未満でも透磁率が低下する。

【0006】

【実施例】（第1実施例）本発明の第1実施例である軟質磁性材料の断面の模式図を図1に示す。外観は従来例と同じであり、成型体1は、磁性粒子2とこれらの粒子

を結合する結合金属 3 とからなっており、磁性粒子 2 は、平均粒径 10~400 μm の金属粒子 2 1 (鉄合金) と、その周囲を覆う鉄より酸化しやすい金属の酸化膜、すなわち、絶縁酸化膜 2 2 からなる。金属粒子 2 1 は、Fe-3%Si、Fe-7%Si、Fe-5%Al、Fe-25Co-3Al、Fe-50Co-5Si、Fe-5Si-1Al を用いた。絶縁酸化膜 2 2 は、 SiO_2 および Al_2O_3 で、膜厚は概ね 1 μm とした。結合金属 3 は、Cu-3.5P、Cu-1.5Cu₂₀、Cu-5Al、Cu-3Si、Cu-3P および Cu-3Zn の銅合金である。金属粒子 2 1 と結合金属 3 の配合は、金属粒子 2 1 の体積が 80 % 以上含有するように、金属粒子 2 1 の量と結合金属 3 の量とを調整し

*て行った。金属粒子 2 1 の酸化処理は、空気中で 350℃で 8 時間加熱とした。成形体 1 は図 2 に示す三種類の方法を用いて、縦 5mm 横 10mm 長さ 60mm の直方体に成形圧力 7 ton/cm² でプレス成形した。結合金属 3 の含浸は、加熱後、図示しない圧入装置により熔融金属を圧入した。含浸後の加熱処理は、含浸時の熔融温度および熔融温度より低い温度の二つで行った。試料の種類と製造条件を表 1 に示す。

【0007】

【表 1】

ように、金属粒子21の量と結合金属3の量とを調整し*

	試料 No	磁性粒子		製造条件				固有抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)	判定
		金属粒子の材質	粒径 (μm)	図3の製法	結合金属	含浸温度 ℃	熱処理温度 (℃)		
実 施 例	1	Fe-3%Si	100	a	Cu-3.5P	750	750	150±20	○
	2	Fe-3%Si	100	b	Cu-3.5P	750	750	150±20	○
	3	Fe-7Si	10	b	Cu-1.5Cu20	1100	800	150 ±13	○
	4	Fe-5Al	400	b	Cu-3.5P	750	400	1000±70	○
	5	Fe-25Co-3Al	30	b	Cu-5Al	820	600	200±20	○
	6	Fe-50Co-5Si	100	b	Cu-3Si	750	400	500±45	○
	7	Fe-5Si-1Al	15	a	Cu-3.5P	750	750	300±30	○
	8	Fe-5Si-1Al	15	a	Cu-3Zn	800	750	400±30	○
	9	Fe-5Si-1Al	15	c	Cu-3P (粒径 15 μm)	-	750	300±20	○
比較例		Fe-5Al	400	b	Al	700	400	250±200	×

【 0 0 0 8 】 図 2 (a) の方法は、金属粒子 2 1 (鉄合金) を表面酸化した後、成形、結合金属の含浸、加熱処理の工程とするもので、表 1 の試料 No は、 1、 7、 8 である。図 2 (b) は、成形後、表面酸化、結合金属の含浸、加熱処理の工程とするもので、表 1 の試料 No は、 2 ～ 6 である。図 2 (c) は、鉄合金粒子 2 1 の表面に Fe_2O_3 皮膜を形成した磁性粒子 2 と結合金属 3 の銅合金粒子とを混合してプレスにより成形後、加熱処理して絶縁酸化膜 2 2 へ変える処理をしたものである。加熱処理は、温度 750 °C で真空中加熱した (試料 No 9) 。なお、比較例として、磁性粒子 2 に Fe-5Al を使い、成形後酸化処理を行い、結合金属 3 として Al を含浸したものを加えた。作製した成形体の絶縁皮膜の厚さと材質は、電子顕微鏡と X 線マイクロアナライザで測定した。絶縁皮膜の中には鉄酸化物が残っているものも有った。つぎに、作製した試料の固有抵抗値と飽和磁束密度を測定し特性を評価した。抵抗値の測定結果および評価を同じく表 1 の右端欄に示す。本発明の試料 (No 1 ～ 9) の抵抗値のばらつきは、 ± 7.0 以下で極めて安定した特性が得られて

いる。これに対して比較例として用いた従来の試料は、特性のばらつきが ± 200 と大きく極めて不安定であった。また、飽和磁束密度をBHトレースで測定した結果では、本発明の試料は、全て15,000Gaussを超えており、良好な特性が得られた。これに対して比較例では15,000Gauss以下と低い値であった。さらに、成形体に曲げを加えて絶縁酸化膜と結合金属との密着性を調べたところ、本発明の試料は比較例に比べ極めて優れていることが分かった。このように、安定した特性が得られるために、損失の少ない電気機器を量産できる。

【０００９】（第２実施例）本発明の第２実施例である軟質磁性材料の断面の模式図を図３に示す。本実施例は、初透磁率を向上させるため、板状の金属粒子（鉄合金粒子）２１を用いたものである。鉄合金粒子のアスペクト比（幅 w /厚さ t ）を１０～１００とし、且つ幅 w が１０～４０００ μm としたものである。鉄合金粒子の表面には、第１実施例と同様に絶縁酸化膜２２が生成され、結合金属３の銅合金で結合されている。鉄合金粒子は、 Fe-3Si 、 Fe-7Si 、 Fe-5Al を用い、板厚 t を０．５～

100 μm の範囲、幅 w を 10 ~ 4500 μm の範囲とした。絶縁酸化膜 22 は、 SiO_2 および Al_2O_3 を用い、膜厚は概ね 1 μm とした。結合金属 3 は、 Cu-3.5P 、 $\text{Cu-1.5Cu}_2\text{O}$ 、 Cu-3Al 、 Cu-3Mg および Cu-Al-11Si の銅合金とした。製造方法は、第 1 実施例と同様に図 2 の *

* 3 種類の方法でおこなった。なお、比較例として、鉄合金粒子のアスペクト比の小さいものおよび幅の大きいものも加えた。本発明に用いた試料を表 2 に示す。

【0010】

【表 2】

試料 No		磁性粒子			製造条件				評価項目		判定
		金属粒子 の組成	アスペクト比 w/l	幅w (μm)	図3 の製 法	結合金属	含浸 温度 (℃)	熱処 理温 度 (℃)	初透磁 率 (emu)	磁性粒 子の製 造性	
実 施	1	Fe-3Si	10	10	a	Cu-3.5P	750	750	550	○	○
	2	Fe-3Si	10	10	b	Cu-3Al	800	750	550	○	○
	3	Fe-3Si	20	100	b	Cu-3Al	800	750	570	○	○
	4	Fe-3Si	60	500	b	Cu-3Al	800	750	600	○	○
	5	Fe-3Si	75	1000	b	Cu-3Al	800	750	630	○	○
	6	Fe-3Si	98	3500	b	Cu-3Al	800	750	670	○	○
例	7	Fe-3Si	10	10	b	Cu- 1.5Cu ₂ O	1100	800	540	○	○
	8	Fe-7Si	10	10	b	Cu- 1.5Cu ₂ O	1100	800	580	○	○
	9	Fe-7Si	40	160	b	Cu- 1.5Cu ₂ O	1100	800	600	○	○
	10	Fe-7Si	80	3900	b	Cu- 1.5Cu ₂ O	1100	800	660	○	○
	11	Fe-7Si	37	150	b	Cu-3Mg	900	800	570	○	○
	12	Fe-7Si	80	3900	b	Cu-3Al- 11Si	750	750	650	○	○
	13	Fe-5Al	70	3800	c	Cu- 1.5Cu ₂ O	—	750	550	○	○
比較例		Fe-3Si	5	3	b	Cu-3.5P	750	750	400	○	×
		Fe-3Si	40	4500	b	Cu-3.5P	750	750	600	×	×

【0011】板状の金属粒子（鉄合金粒子）21 は、図 4 に示す遠心アトマイズ装置により作製した。ルツボ 4 に鉄合金 5 を入れ、ヒータ 6 により 1500 $^{\circ}\text{C}$ 付近まで加熱し、鉄合金 5 を溶解する。溶解した鉄合金 5 をノズル 7 から噴出させ、回転させたディスク 8 に衝突させる。鉄合金粒子のアスペクト比は、ディスク 8 の回転速度と鉄合金溶湯の粘度を調整して行った。この溶湯の粘度は、熔融金属の温度、組成および雰囲気酸素濃度により変化するが、本実施例では、容器 9 中の酸素濃度をアルゴンおよび窒素で雰囲気調整して行った。軟磁性材料の製造工程は第 1 実施例と同じく図 2 に示す 3 種類である。図 2 (a) の方法は、表 2 の試料 No 1、図 2 (b) は試料 No 2 ~ 12 である。図 2 (c) の方法は、No 13 である。絶縁酸化膜の厚さは電子顕微鏡と X 線マイクロアナライザで測定した。つぎに、作製した試料の初透磁率を測定した結果を、同じく表 2 の右端欄に示す。本発明

の実施例として用いた試料 1 ~ 13 は、初透磁率が 500 以上で良好な特性を示している。なお、飽和磁束密度も 15,000 G 以上と良好である。これに対して比較例として用いた試料のうち、アスペクト比が小さいものは、初透磁率が 500 以下と小さく、アスペクト比が大きい、幅が大きいものは、初透磁率は 500 以上であるが、粉末の製造性が困難であった。

【0012】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、周囲が鉄より酸化しやすい厚さ 0.2 ~ 10 μm の絶縁酸化膜 2 で覆われた平均粒径 10 ~ 400 μm の鉄合金粒子 1 であって、絶縁酸化膜を構成する金属元素は鉄合金を構成する合金元素の中の少なくとも一つからなり、絶縁酸化膜で被覆された粒子同士が銅を主成分とする合金で結合されている成形体で、かつ、鉄合金が成形体の 80 体積%以上を占めた構成にしたので、抵抗値や飽和磁束密度の特

性のばらつきが少ない軟質磁性材料を得る効果がある。
また、鉄合金粒子を板状に、アスペクト比を特定したので、初透磁率高い軟質磁性材料が得られ、損失の少ない電気機器が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の第 1 実施例である軟質磁性材料成形体の断面を示す模式図である。

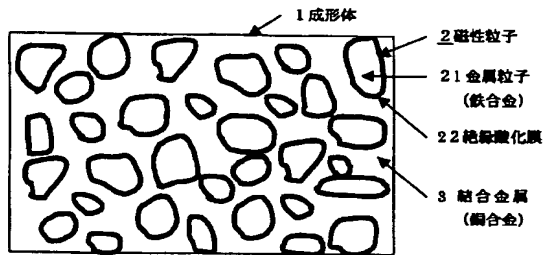
【図 2】本発明の軟質磁性材料の製造工程を示すブロック図である。

【図 3】本発明の第 2 実施例である軟質磁性材料成形体の断面を示す模式図である。

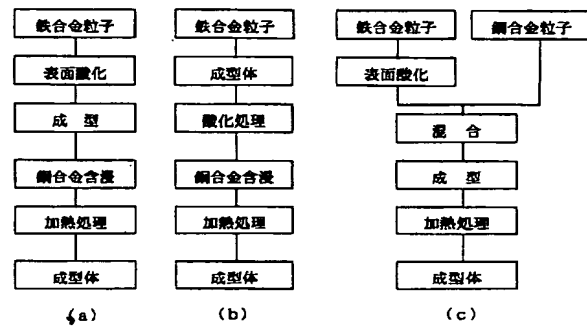
【図 4】本発明の第 2 実施例に用いた鉄合金粒子を作製する装置を示す模式図である。

【図 5】従来の軟質磁性材料成形体の断面を示す模式図である。

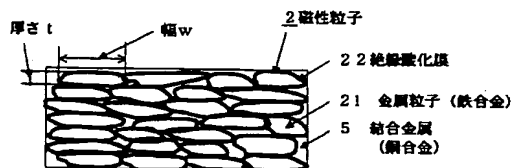
【図 1】



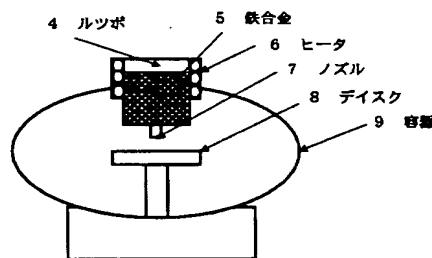
【図 2】



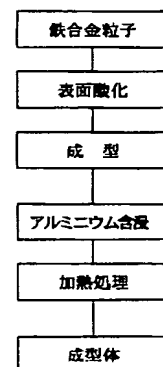
【図 3】



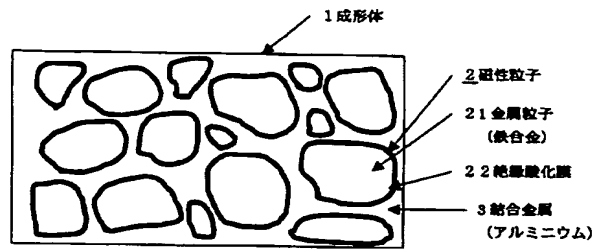
【図 4】



【図 6】



【図 5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 2 2 C 38/00	3 0 3	C 2 2 C 38/16	
38/16		H 0 1 F 1/14	A
(72) 発明者 池田 満昭		F ターム (参考)	4K018 AA10 AA25 AA26 AA29 BA15
福岡県北九州市八幡西区黒崎城石 2 番 1 号			BA16 BB01 BB04 BC18 CA11
株式会社安川電機内			FA08 FA36 KA43 KA44
			5E041 AA04 CA02 CA04 CA05 NN01